# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2003-080062

(43) Date of publication of application: 18.03.2003

(51)Int.Cl.

B01J 20/20 A61L 9/01 A61L 9/16 B01J 20/30 C01B 31/08

(21)Application number: 2001-278836

(71)Applicant: YAMANE KENJI

ISHIHARA SHIGEHISA

OIKAWA KIKUO TOBA AKEBONO

(22)Date of filing:

13.09.2001

(72)Inventor: OIKAWA KIKUO

TOBA AKEBONO

ISHIHARA SHIGEHISA

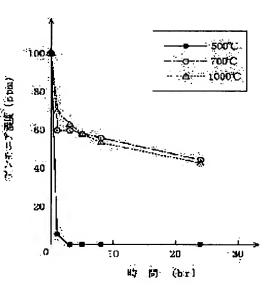
YAMANE KENJI

# (54) METHOD FOR CAPTURING SPECIFIC CHEMICAL SUBSTANCE AND ADSORBENT USED FOR THE SAME

# (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a capturing method which is effectively capturing specific chemical substances, such as volatile organic compounds, endocrine disrupters and other associated substances, which induce sick house syndromes and chemical substance sensitivity and to obtain an adsorbent.

SOLUTION: Bamboo charcoal carbonized at  $500^{\circ}\text{C}$  for capturing ammonia, bamboo charcoal carbonized at  $500^{\circ}\text{C}$  to  $1,000^{\circ}\text{C}$  for capturing formaldehyde, bamboo charcoal carbonized at  $1,000^{\circ}\text{C}$  for capturing benzene or toluene and bamboo charcoal carbonized at  $1,000^{\circ}\text{C}$  for capturing  $17\beta$ -estradiol are respectively used as the adsorbents. Such adsorbents are brought into contact with a gaseous phase or liquid phase in which objects for capturing are included, by which the objects for capturing, such as ammonia, are captured and removed.



### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

### \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### **CLAIMS**

# [Claim(s)]

[Claim 1] It is the uptake approach for carrying out uptake of the specified chemical substances which consist of any one sort or two sorts or more of combination of ammonia, formaldehyde, benzene, toluene, and the estradiols. The bamboo coal used as adsorption material by carbonizing a cane at the specific carbonization temperature according to the above-mentioned specified chemical substances is prepared. The uptake approach of the specified chemical substances characterized by carrying out uptake by contacting this adsorption material to the above-mentioned specified chemical substances, and making the above-mentioned specified chemical substances stick to the above-mentioned adsorption material.

[Claim 2] Adsorption material which is adsorption material used in order to carry out uptake of the specified chemical substances which consist of any one sort or two sorts or more of combination of ammonia, formaldehyde, benzene, toluene, and the estradiols, and is characterized by coming to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the specific carbonization temperature according to the above-mentioned specified chemical substances.

[Claim 3] Adsorption material which is adsorption material for carrying out uptake of the ammonia, and is characterized by coming to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 400 to 600 degrees C.

[Claim 4] Adsorption material which is adsorption material for carrying out uptake of the formaldehyde, and is characterized by coming to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 400 to 1100 degrees C.

[Claim 5] Adsorption material which is adsorption material for carrying out uptake of toluene or the benzene, and is characterized by coming to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 700 to 1100 degrees C.

[Claim 6] Adsorption material which is adsorption material for carrying out uptake of the estradiol, and is characterized by coming to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 400 to 1100 degrees C.

# [Translation done.]

### \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

### **DETAILED DESCRIPTION**

# [Detailed Description of the Invention] [0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the adsorption material which uses the volatile organic compound called causative agent which causes sick house syndrome and chemical sensitivities, such as basic offensive odor chemicals, such as the specified chemical substances which exist in the liquid phase of coastal sea areas, such as inside of the gaseous phase of indoor, outdoor space, etc., such as indoor space or works, or a river, sewage, or the inside of the bay, etc., for example, ammonia, and an ammonium compound, and formaldehyde, and endocrine disrupting chemicals (environmental hormone), such as estradiol, or the related substance of those for the uptake approach for carrying out uptake, and this. [0002]

[Description of the Prior Art] It is deficient in an effective means which serves as a conclusive factor as a means for carrying out uptake of the causative agents (formaldehyde etc.) which cause sick house syndrome, and removing them from indoor space conventionally, and is coped with by means, such as removing and exchanging dilution by ventilation etc., the building materials made to generate a causative agent.

[0003] Moreover, also about the endocrine disruptors contained in a river etc., it is also a minor constituent and there is no effective means for carrying out uptake alternatively.

[0004] About the charcoal which is made to carbonize wood and is obtained on the other hand, in addition to the original application as a fuel, it is made the propagation bed of the gas conditioning material in the under floor of a house, or a microorganism, and use for applications, such as water quality purification material of a river, is proposed or tried in recent years.

[0005] This invention is made in view of such a situation, and the place made into the purpose is to offer the adsorption material which uses specified chemical substances, such as an volatile organic compound called a basic offensive odor chemical and causative agent which causes sick house syndrome and a chemical sensitivity, and endocrine disrupting chemicals or its related substance, for the uptake approach and this which can carry out uptake effectively.

[0006]

[Means for Solving the Problem] In order to attain the above-mentioned purpose, this invention persons paid their attention to the approach of carrying out uptake by using adsorption material and making the chemical like the above adsorb first (alternative adsorption). And moreover the bamboo coal obtained by carbonizing a cane did not have the adsorption capacity to various chemicals, exertion of the adsorption capacity guessed the point how carbonization temperature was therefore mainly influenced greatly, and by performing various trials, the point describing above is checked and it came to complete the following this inventions. [0007] In claim 1 concerning the uptake approach, namely, ammonia, formaldehyde, It is aimed at the uptake approach for carrying out uptake of the specified chemical substances which consist of any one sort or two sorts or more of combination of benzene, toluene, and the estradiols. The bamboo coal used as adsorption material is prepared, this adsorption material is contacted to the above-mentioned specified chemical substances, and it was made to carry out uptake by making the above-mentioned specified chemical substances stick to the above-mentioned adsorption material by carbonizing a cane at the specific carbonization temperature according to the above-mentioned specified chemical substances.

[0008] In this case, what is necessary is to carry out carbonization processing at the suitable carbonization

temperature according to the specified chemical substances for [ that ] uptake, and just to obtain bamboo coal in preparation of adsorption material, in order to consider as the adsorption material which can demonstrate advanced adsorption capacity to the specified chemical substances for uptake. What is necessary is to carry out a temperature up and heating, or to combine by the predetermined temperature up

degree (programming rate), according to each process of desiccation of a cane, carbonization, and refinement, preferably as this carbonization processing, to perform maintenance (temperature maintenance) at predetermined temperature, and just to perform a cooling process by the predetermined cooling degree (cooling rate) after that. And what is necessary is making it just make specified chemical substances stick to the above-mentioned adsorption material by arranging or supplying the above-mentioned adsorption material in the gaseous phase included in the state of a gas, a steam, or a liquid, or the liquid phase, and making specified chemical substances contact, in order to make specified chemical substances adsorb. thereby -- specified chemical substances -- adsorption material -- receiving -- high rate -- and the specified chemical substances which can be made to adsorb for a short time and are contained in a gaseous phase or the liquid phase -- uptake of the whole quantity can be carried out mostly.

[0009] In claim 2 concerning the adsorption material used by the uptake approach of above-mentioned claim 1, it carried out to coming to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the specific carbonization temperature according to the above-mentioned specified chemical substances as adsorption material used in order to carry out uptake of the specified chemical substances which consist of any one sort or two sorts or more of combination of ammonia, formaldehyde, benzene, toluene, and the estradiols. [0010] Such adsorption material especially is used by making the gaseous phase containing the causative agent contact suitable for the purpose which carries out uptake of the above-mentioned causative agent, in order to carry out uptake of the causative agents (for example, formaldehyde etc.) which volatilize from the adhesives of building materials etc. and cause the so-called sick house syndrome. Moreover, it is also possible to make it immersed into the liquid phase which contains the specified chemical substances for the uptake of the specified chemical substances which exist not only in an above-mentioned gaseous phase or the above-mentioned liquid phase but in solid phase, for example, soil, and also in order to carry out uptake of the specified chemical substances which dissolve and flow into water, such as an underground water or storm sewage, it is used effectively.

[0011] Specifically by claim 3 in the case of using basic offensive odor chemicals, such as ammonia, as specified chemical substances, we decided to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 400 to 600 degrees C as adsorption material for carrying out uptake of the ammonia. In this case, what is necessary is just to consider as 500-degree-C order preferably as carbonization temperature at the range of 450 degrees C - 550 degrees C, and a real target, in order to consider as the adsorption material which demonstrates the adsorption capacity to ammonia more highly. It is high rate very much, and ammonia may be made to adsorb for a short time by the bamboo coal which carried out carbonization processing at the carbonization temperature around 500 degrees C substantially. [0012] In claim 4 in the case of using formaldehyde as specified chemical substances, we decided to use the bamboo coal obtained as adsorption material for carrying out uptake of the formaldehyde by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 400 to 1100 degrees C. In this case, what is necessary is just to consider as the range of 500 degrees C - 700 degrees C as carbonization temperature also in the range of 500 degrees C, in order to consider as the adsorption material which demonstrates the adsorption capacity to formaldehyde more highly.

[0013] In claim 5 in the case of using toluene, benzene, or both as specified chemical substances, we decided to use the bamboo coal obtained by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 700 to 1100 degrees C as adsorption material for carrying out uptake of toluene or the benzene. In this case, what is necessary is just to consider as 1000-degree-C order as carbonization temperature at the range of 800 degrees C - 1100 degrees C, the range of 900 degrees C - 1100 degrees C, and a real target, in order to consider as the adsorption material which demonstrates more highly the adsorption capacity to abovementioned toluene or benzene. In addition, although it is good also as 1100 degrees C or more as upper limit temperature, since sufficient adsorption capacity to toluene or benzene is demonstrated by the bamboo coal which carried out carbonization processing at the carbonization temperature around 1000 degrees C, if carbonization processing is carried out at the carbonization temperature of the range to 1100 degrees C in consideration of the facilities of carbonization processing at an elevated temperature, practicality ability advanced enough can be obtained. Moreover, it is possible to demonstrate adsorption capacity effectively by the adsorption material using the bamboo coal which is carbonized at the same carbonization temperature (carbonization temperature requirement) as the adsorption material which uses above-mentioned toluene or benzene as specified chemical substances, and is obtained also about a xylene, nonenal, or Indore in addition to above-mentioned toluene and benzene.

[0014] Moreover, in claim 6 in the case of using estradiol as specified chemical substances, we decided to

use the bamboo coal obtained as adsorption material for carrying out uptake of the estradiol by carbonizing a cane at the carbonization temperature of the range of 400 to 1100 degrees C. in this case -- for considering as the adsorption material which demonstrates the adsorption capacity to estradiol more highly -- as carbonization temperature -- the range of 500 degrees C - 1100 degrees C, and the range of 700 degrees C - 1100 degrees C -- substantial -- 1000-degree-C order -- then, it is good. In addition, like [ in the case of this claim 6 ] the case of above-mentioned claim 5, although it is good also as 1100 degrees C or more, since sufficient adsorption capacity to estradiol is demonstrated by the bamboo coal which carried out carbonization processing at the carbonization temperature around 1000 degrees C, if carbonization processing of the upper limit temperature is carried out at the carbonization temperature of the range to 1100 degrees C in consideration of the facilities of carbonization processing at an elevated temperature, practicality ability advanced enough can be obtained. [0015] Here, the above-mentioned "estradiol" is specifically 17beta-estradiol. This 17beta-estradiol is called endocrine disruptors (environmental hormone) or its related substance, and is a kind of men-and-beasts origin hormone.

[0016]

[Effect of the Invention] as mentioned above, harmful specified chemical substances, such as volatile organic compounds, such as formaldehyde which is called causative agent which causes sick house syndrome and a chemical sensitivity according to the uptake approach of the specified chemical substances of claim 1 as explained, and estradiol which is endocrine disrupting chemicals or its related substance, -- high rate -- and uptake can be carried out quickly. And the bamboo coal generated by carbonizing the uptake at specific carbonization temperature can be prepared, and the easy activity that it is only making the gaseous phase or the liquid phase containing specified chemical substances contact can attain.

[0017] Moreover, according to the adsorption material of the specified chemical substances of claim 2, by using this adsorption material, the uptake approach of claim 1 can be enforced certainly and uptake of the above-mentioned harmful specified chemical substances can be realized.

[0018] According to the adsorption material of either claim 3 - claim 6, the adsorption material of above-mentioned claim 2 can be materialized more. The adsorption material which was suitable in order to carry out uptake of the estradiol according to claim 6 for the adsorption material which was suitable in order to carry out uptake of toluene or the benzene according to claim 5 for the adsorption material which was suitable in order to carry out uptake of the formaldehyde according to claim 4 for the adsorption material which was suitable in order to carry out uptake of the ammonia according to claim 3 can be offered, respectively.

[0019]

[Embodiment of the Invention] The adsorption material mentioned as an operation gestalt of this invention is manufactured by the following procedure, and is prepared.

[0020] That is, canes (for example, Phyllostachys pubescens etc.) are cut to predetermined every die length (for example, about 1m) according to a carbonization furnace, vertical division is carried out to predetermined every [still more desirable] perimeter (for example, 6-7cm), these are made into longitude, and it is filled up in a carbonization furnace. In addition, before filling up a carbonization furnace, it may be made to carry out a preliminary desiccation process. In this case, what is necessary is just to carry out continuation for several days (for example, about four days) in 80 degrees C - 150 degrees C with smoking heat.

[0021] A cooling process is performed, after filling up a carbonization furnace and performing a desiccation process, a carbonization process, and a refinement process in principle.

[0022] A temperature up is carried out from outside-air-temperature temperature to about 250 degrees C (drying temperature), predetermined-time(for example, 3 hours - 3 hours, a half)-desiccation applying it, and it is performed. Then, a carbonization process carries out the temperature up of from the above-mentioned drying temperature to the intermediate temperature between target carbonization temperature, applying predetermined time, and performs it by holding only predetermined time after that intermediate-temperature attainment with that intermediate temperature (keeping). Next, a refinement process carries out a temperature up from the above-mentioned intermediate temperature to target carbonization temperature, applying predetermined time, and after it reaches the above-mentioned target carbonization temperature, it saves it with the target carbonization temperature. Finally heating of a carbonization furnace is suspended, and a cooling process is performed while it had been filled up in the furnace. This cooling process is made to cool naturally by leaving it until it becomes about 100 degrees C.

[0023] The intermediate temperature in the above-mentioned carbonization process is changed with target

carbonization temperature. For example, if target carbonization temperature is 1000 degrees C, an intermediate temperature will consider as 700 degrees C, and if target carbonization temperature is 700 degrees C, an intermediate temperature is just 500 degrees C. When target carbonization temperature is 500 degrees C, it may be made to carry out a temperature up after desiccation process termination to 500 degrees C which is the target carbonization temperature, without dividing into two steps of a carbonization process and a refinement process.

[0024] The above-mentioned target carbonization temperature is determined according to the candidate for adsorption used as adsorption material. It is because the classes (class of chemical) of object which demonstrates the adsorption capacity of carbonization temperature therefore highest [how ] differ. for example, when target carbonization temperature is set as three kinds, 500 degrees C, 700 degrees C, and 1000 degrees C Adsorption capacity with the highest bamboo coal that carried out carbonization processing at 500 degrees C when the candidate for adsorption was ammonia is demonstrated. If it is formaldehyde similarly, although a 1000-degree C thing is a little inferior, 500 degrees C, Even if it is which [700 degrees C and 1000 degrees C] bamboo coal, high adsorption capacity is demonstrated. Adsorption capacity is demonstrated in the order whose 1000-degree C bamboo coal is 700 degrees C and 500 degrees C below most highly if it is benzene or toluene, and if it is beta-estradiol, adsorption capacity will be demonstrated like the above-mentioned toluene etc. in the order whose 1000-degree C bamboo coal is 700 degrees C and 500 degrees C below most highly. Moreover, when the candidate for adsorption is a xylene, nonenal, or Indore, adsorption capacity is demonstrated in the order whose 1000-degree C bamboo coal is 700 degrees C and 500 degrees C below most highly like the case where above-mentioned toluene or benzene is made applicable to adsorption.

[0025] What is necessary is just to process the above-mentioned bamboo coal into the configuration and size which was suitable for the service space in consideration of the service space on which it decides according to the candidate for adsorption, in order to use the bamboo coal generated by the above as adsorption material. For example, it crushes, respectively about several cm the about 10-20cm shape of a solid, and in the shape of a wafer, or is made to process it granular or in the shape of powder. What is necessary is to arrange in the gaseous phase which holds in the network or container which lets [ aeration or ] flow the adsorption material flow, and contains the chemical for adsorption, or just to make it immersed into the liquid phase, when adsorption material has the shape of the shape of a solid, and a wafer. Since the surface area which can contact the chemical for adsorption increases so that size is small like the above-mentioned powdered \*\*, it is desirable when demonstrating adsorption capacity efficiently. On the other hand, the container granular or for holding the adsorption material, when it is made the shape of powder, and the device for holding are needed. What is necessary is to mix with suitable adhesives or a suitable binder, and just to make it fabricate in the tablet configuration of predetermined size by holding in the bag formed with a fine network or a fine nonwoven fabric of an eye etc. when granular, if powdered. And what is necessary is to arrange in a gaseous phase like the above, or to be immersed into the liquid phase and just to graze. [0026]

[Example] Based on the example of a trial hereafter carried out in order to check effectiveness, and its test result, it explains to a detail further.

[0027] - As shown in sample preparation-drawing 1 of adsorption material, Phyllostachys pubescens grown to the Yura river drainage system (mainly Hyogo within the prefecture) was used as a raw material of a cane. The part of the chief editor of Phyllostachys pubescens who cut down was cut for every die length of 1m, the vertical division of it was further carried out in the radiation direction, and it judged in width of face (perimeter) of about 6-7cm. It was filled up with what banded this about 25-30 [ at a time ] together in the carbonization furnace. Although the packing number changed with content volume of a carbonization furnace, about 40-50 bundles were filled up with the used carbonization furnace. In addition, in order to carry out predrying with smoking heat before this restoration, it put in in the smoking heat treatment furnace, and heat-treated over the between [ about 4 days ] grade in about 80-150 degrees C. [0028] next -- as target carbonization temperature -- 500 degrees C, 700 degrees C, and 1000 degrees C -three kinds were set up and carbonization processing was performed according to the individual in the batch type for every carbonization temperature. Hereafter, when the carbonization temperature of the target to explain the carbonization processing for every carbonization temperature is 500 degrees C After carrying out a temperature up over about 3 hours from the condition of outside air temperature to about 250 degrees C and performing a desiccation process After carrying out the temperature up over about 9 hours from about 250 degrees C to 500 degrees C and reaching 500 degrees C, where 500 degrees C is maintained, it saved for about 1 hour, and the carbonization process was performed (see the temperature change shown in

drawing 2 as a continuous line). And the cooling process which is made to suspend heating and is made to cool naturally to 100 degrees C was performed. This cooling took about 40 hours.

[0029] After applying for 40 minutes per hour [ about ], having carried out the temperature up from about 250 degrees C to 500 degrees C, after carrying out the temperature up over about 3 hours and 20 minutes from the condition of outside air temperature to about 250 degrees C and performing a desiccation process, when target carbonization temperature is 700 degrees C (see the temperature change shown in <u>drawing 2</u> with an alternate long and short dash line), and reaching 500 degrees C, where 500 degrees C is maintained, it saved for 1 hour, and the carbonization process was performed. Next, after applying for 15 minutes, carrying out the temperature up from 500 degrees C to 700 degrees C and reaching 700 degrees C, where 700 degrees C is maintained, it saved for 1 hour, and the refinement process was performed. And the cooling process which is made to suspend heating and is made to cool naturally to 100 degrees C was performed. This cooling took about 40 hours like the above.

[0030] After applying for about 3 hours and 30 minutes, having carried out the temperature up from about 250 degrees C to 700 degrees C, after carrying out the temperature up over about 3 hours and 30 minutes from the condition of outside air temperature to about 250 degrees C and performing a desiccation process, when target carbonization temperature is 1000 degrees C (see the temperature change shown in drawing 2 by the dotted line), and reaching 700 degrees C, where 700 degrees C is maintained, it saved for 1 hour, and the carbonization process was performed. Next, after carrying out the temperature up over about 2 hours from 700 degrees C to 1000 degrees C and reaching 1000 degrees C, where 1000 degrees C is maintained, it saved for 40 minutes, and the refinement process was performed. And the cooling process which is made to suspend heating and is made to cool naturally to 100 degrees C was performed. This cooling took about 40 hours like the above.

[0031] The above temperature control was performed detecting correctly the actual temperature of the cane which is in a carbonization processing process with the thermocouple inserted from outside to the interior in the vertical direction mid-position of the cane bundle in the condition that the above banded together. [0032] After obtaining three kinds of bamboo coal which carried out carbonization processing above at each carbonization temperature of 500 degrees C, 700 degrees C, and 1000 degrees C, three kinds of this bamboo coal was crushed in the shape of [ of the same size ] powder, respectively, and three kinds of adsorption samples as adsorption material were obtained.

[0033] - Ammonia, formaldehyde, toluene, benzene, and 17beta-estradiol were prepared as a chemical for adsorption test approach-adsorption, and the adsorption test using three kinds of above-mentioned adsorption samples was carried out according to the individual about these five kinds of chemicals, respectively. Among this, ammonia, formaldehyde, toluene, and benzene used gas. It divides into ammonia, formaldehyde, toluene and benzene (henceforth "object gas"), and 17beta-estradiol hereafter, and explains. [0034] (in the case of the above-mentioned object gas) The adsorption test about the above-mentioned each set elephant gas was performed within this TEDORA bag using the TEDORA bag (GL Sciences, Inc. make) of 5L.

[0035] The above-mentioned TEDORA bag is divided with a seal clip so that it may divide into the part which paid each above-mentioned adsorption sample of the specified quantity in the TEDORA bag according to the individual for every above-mentioned object gas, and specifically paid each adsorption sample first, and other parts and may intercept. Next, a different part from the part put into the adsorption sample in the TEDORA bag is filled up with nitrogen, it pours in using the syringe of a gas-tight type so that it may become about each set elephant gas subsequently to predetermined concentration, and it puts into a 20-degree C thermostat. And if the concentration of the poured-in object gas is stabilized, will open the above-mentioned seal clip wide, the inside of a TEDORA bag will be made to open for free passage, and object gas and a sample will be contacted. The concentration of object gas was measured by having considered this time as the 0-hour progress time, and the concentration of the object gas in a TEDORA bag was measured after that for every 1-hour, 3-hour, 5-hour, 8-hour, and 24 hours' progress time.

[0036] As an amount of the adsorption sample paid in the above-mentioned TEDORA bag, it set [formaldehyde / ammonia and ] the 0.5g of each above-mentioned adsorption sample at a time to 0.05g at a time for each above-mentioned adsorption sample about toluene and benzene.

[0037] Moreover, as the above-mentioned density measurement approach, the following approach was

adopted for every object gas. namely, -- the concentration of formaldehyde -- Formaldemeter 400 (product made from JMS) -- using -- measuring -- the concentration of ammonia -- a Kitagawa style -- it measured using detector AP-1 (KOMYO RIKAGAKU KOGYO make) and Kitagawa style detector ammonia 105SC

(KOMYO RIKAGAKU KOGYO make). Moreover, each concentration of benzene and toluene was

measured using gas-chromatograph GC-8A (Shimadzu make) which equipped the flame photometric detector (FID). Using the stainless steel column with which support filled up the bulking agent of Chromosorb W (60 - 80mesh, AW-DMCS) with Polyethlyeneglycol 20M, the liquid phase made nitrogen carrier gas on 150-degree C conditions whenever [ column temperature / of 100 degrees C /, and evaporation room temperature ], and measured the gas chromatograph by the calibration-curve method.

[0038] (in the case of 17beta-estradiol) About 0.1g is put into the Erlenmeyer flask with ground-in stopper of 300mL(s) for every above-mentioned adsorption sample, and 200mL(s) are put into this for a 17beta-estradiol solution with a concentration of 1 ppm. It sampled for every 1-hour, 3-hour, 5-hour, 8-hour, and 24 hours' progress time, having sampled this time as a 0-hour progress point in time, and sometimes agitating it after that.

[0039] In addition, the 1 ppm above-mentioned 17beta-estradiol solution dissolved 10mg 17beta-estradiol in the methanol of 100mL(s), was used as the standard undiluted solution, diluted this standard undiluted solution with purified water, and prepared it.

[0040] Density measurement of the 17beta-estradiol of the sample sampled above was performed using high performance chromatography. As a pump, this high performance chromatography equips PX-8010 (TOSOH make) as CCPM (TOSOH make) and a pump controller, and equips UV-8000 (TOSOH make), an injector 7125 (product made from LEO out), and chromato pack C-R6A (Shimadzu make) as a UV detector. And the quantum was carried out by the calibration-curve method, having set the injection rate of a sink and a sampling sample to 50microL for what set methanol:water to 6:4 as the moving bed by 1.0 mL/min, and having used wavelength of a detector as 280nm.

[0041] - The concentration value for every time amount progress time of four kinds of above-mentioned object gas and 17beta-estradiol is shown in drawing 3 for three kinds which carried out carbonization processing and which were acquired about the result of the adsorption test more than test-result - at each carbonization temperature of 500 degrees C, 700 degrees C, and 1000 degrees C of every adsorption samples. in addition -- as what was expressed with the graph which sets as time amount (hr) at an axis of abscissa, and sets an axis of ordinate concentration (ppm) as each concentration value change of drawing 3 -- ammonia concentration -- drawing 4 -- formaldehyde concentration -- drawing 5 -- toluene concentration at drawing 7 and benzene concentration is shown in drawing 6 about 17beta-estradiol concentration at drawing 8, respectively. In drawing 4 - drawing 8, a continuous line and the black dot mark show the case of the adsorption sample which carried out carbonization processing at 500 degrees C, an alternate long and short dash line and a void round mark show the case of the adsorption sample which carried out carbonization processing at 1000 degrees C.

[0042] (in the case of ammonia) If drawing 4 (combining drawing 3) is seen, the ammonia adsorption canacity from which it escaped when the adsorption sample whose carbonization temperature is 500 degrees.

capacity from which it escaped when the adsorption sample whose carbonization temperature is 500 degrees C did not compare with other adsorption samples is shown. By this 500-degree C adsorption sample, about 100% and the adsorption capacity (uptake capacity) of super-high rate are shown, moreover for a short time (1 hour) already shows 95% of adsorption capacity, and 100% (condition on measurement of not detecting) of adsorption capacity is demonstrated in 3 hours. On the other hand, by both the adsorption sample whose carbonization temperature is 700 degrees C and 1000 degrees C, the almost same adsorption capacity was shown and it has stopped at the adsorption capacity in 40% - 60% of range. Therefore, it is thought that high adsorption capacity is demonstrated in the range where carbonization temperature is low to ammonia. [0043] (in the case of formaldehyde) If drawing 5 (combining drawing 3) is seen, each adsorption sample of three kinds of carbonization temperature (500 degrees C, 700 degrees C, and 1000 degrees C) will show the both almost same formaldehyde adsorption capacity, and will both demonstrate about 80% or more of high adsorption capacity for a short time (1 hour). In addition, although it was small, each adsorption sample (500 degrees C and 700 degrees C) showed higher adsorption capacity rather than the adsorption sample which is 1000 degrees C. therefore, the adsorption capacity of formaldehyde -- being related -- adsorption capacity with each high adsorption sample -- demonstrating -- the height of carbonization temperature -- it is thought that it is not much undependable to how.

[0044] (in the case of benzene) If <u>drawing 6</u> (combining <u>drawing 3</u>) is seen, the benzene adsorption capacity (95% or more) from which it escaped when the adsorption sample whose carbonization temperature is 1000 degrees C did not compare with other adsorption samples is demonstrated for a short time (1 hour), and it is inferior to the 1000-degree C adsorption sample in order (700 degrees C and 500 degrees C) by other adsorption samples. Even if carbonization temperature is the adsorption sample which is 700 degrees C, at the 24-hour progress time, about 70% and quite high adsorption capacity are still shown, and even if it

is a 500-degree C adsorption sample, at the 24-hour progress time, about 34% of adsorption capacity is shown. As mentioned above, the adsorption capacity of benzene is considered to demonstrate high adsorption capacity, so that carbonization temperature is high.

[0045] (in the case of toluene) If drawing 7 (combining drawing 3) is seen, an inclination is shown like the case of the above-mentioned benzene as a general trend, and toluene adsorption capacity will be considered to demonstrate high adsorption capacity, so that carbonization temperature is high. However, extent of the adsorption capacity exceeds it of benzene, and demonstrates the toluene adsorption capacity of the about 100% and the super-high rate in a short time (1 hour) by the adsorption sample whose carbonization temperature is 1000 degrees C. Although it is inferior to a 1000-degree C adsorption sample by the adsorption sample (other 700 degrees C and 500 degrees C), by the adsorption sample whose carbonization temperature is 700 degrees C, it is at the 24-hour progress time, and 60% or more and comparatively high adsorption capacity are shown, by the 500-degree C adsorption sample, it is at the 24-hour progress time, and the adsorption capacity of extent is shown 25% or more by it. In addition, the above-mentioned toluene or the same inclination as the case of benzene is shown also about the adsorption capacity to a xylene, nonenal, or Indore, and although a 1000-degree C adsorption sample demonstrates the adsorption capacity of super-high rate and an adsorption sample (other 700 degrees C and 500 degrees C) is also inferior to a 1000-degree C adsorption sample in it, it is thought that quite high adsorption capacity is demonstrated. [0046] (in the case of 17beta-estradiol) If drawing 8 (combining drawing 3) is seen, an inclination is shown like the case of the above-mentioned benzene or toluene as a general trend, and the adsorption capacity of 17beta-estradiol will be considered to demonstrate high adsorption capacity, so that carbonization temperature is high. And extent of the adsorption capacity was the same as that of the case of toluene almost, and the adsorption sample whose carbonization temperature is 1000 degrees C demonstrated the adsorption capacity of the 100% and the super-high rate in a short time (1 hour). By the adsorption sample whose carbonization temperature is 700 degrees C, by the adsorption sample (other 700 degrees C and 500 degrees C), it is at the 3-hour progress time, and 70% or more and quite high adsorption capacity are shown, although it is inferior to a 1000-degree C adsorption sample, it is also a 500-degree C adsorption sample at the 3-hour progress time, and it shows 50% or more of good adsorption capacity by it. [0047] - the adsorption capacity of electron-spin-resonance spectrum (ESR) measurement-bamboo coal -the height of carbonization temperature -- in order to present reference of a dependency being in how, electron-spin-resonance spectrum measurement was carried out by making into a sample the bamboo coal (carbide) which carried out carbonization processing at various kinds of carbonization temperature (200 degrees C, 300 degrees C, 400 degrees C, 500 degrees C, 700 degrees C, and 1000 degrees C). [0048] Using electron-spin-resonance equipment JES-TE200 (JEOL make), measurement paid each abovementioned sample to ESR sample tubing of the diameter of 5mm, and measured the ESR spectrum at 23

degrees C. This measurement result is shown in <u>drawing 9</u>. [0049] the result of <u>drawing 9</u> -- a 200 degrees C - 700 degrees C sample -- setting -- ESR -- the activity radical kind was detected and the radical kind was not detected by the 1000-degree C sample. Moreover, there was most detection of a radical kind in a 500-degree C sample, and it decreased, so that temperature separated from 500 degrees C on height both sides.

[Translation done.]

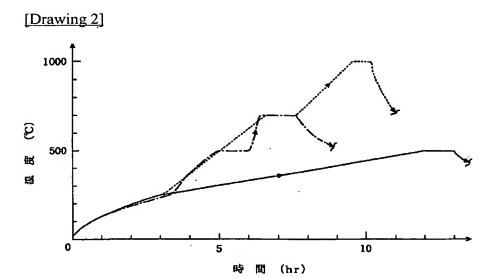
# \* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
  2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
  3. In the drawings, any words are not translated.

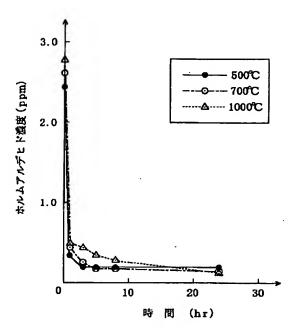
# **DRAWINGS**

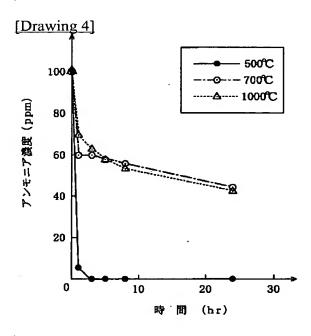
[Drawing	1]	1			·		<b>,</b>
		1000°C	由良川水系(主に兵庫産)のモウソウ竹、長さ1mの筒状の竹を幅6~1cm程度に縦割したものを25~30本程度に結束したものを炭化炉内に40~50東程度充填。ただし、充填前に熂煙熱処理窯にて約80~150℃で約4日間程度爛煙熱処理した。	外気温度から約250℃まで約3時間 30分	250℃から500℃まで約9時間で昇温 250℃から500℃まで約1時間40分で 250℃から700℃まで約3時間30分で後、500℃を1時間キープ。	700℃から1000℃まで約2時間で昇温後、1000℃を40分間キープ。	
	级 化 温 度	2,002	ウ竹、長さ1mの筒状の竹を幅6~7c 東程度充填。ただし、充填前に熘煙	<b>外気温度から約250℃まで約3時間</b> 20分	250℃から500℃まで約1時間40分で 昇湿後、500℃を1時間キープ。	500℃から700℃まで15分で昇温後、 700℃を1時間キープ。	100℃まで自然冷却(約40時間)
		2,005	由良川水系(主に兵庫産)のモウソ に結束したものを炭化炉内に40~50 程度爛煙熱処理した。	外気温度から約250℃まで約3時間	250℃から500℃まで約9時間で昇湿後、500℃を1時間キープ。	1	
			竹の種類	乾燥工程	炭化工程	精煉工程	冷却工程



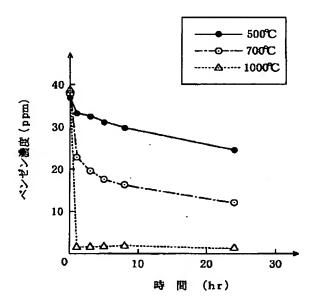
[Drawing 3]							
時	間(hr)	0	1	3	5	8	24
	500°C	100	5	0	0	0	0
アンモニア濃度	700°C	100	60	60	58	56	44
(ppm)	1000°C	100	70	63	58	53	43
	500°C	2.44	0.33	0.21	0.20	0.20	0.18
ホルムアルデヒド濃度	700°C	2.60	0.45	0.24	0.19	0.18	0.14
(ppm)	1000°C	2.78	0.51	0.44	0.35	0.29	0.14
	500°C	37.10	33 .42	32.68	31 .20	29.07	24.50
ベンゼン濃度	700°C	38.68	22 .78	19.84	17.82	16.54	12 .28
(ppm)	1000fC	39.80	1 .52	1.48	1.64	1.80	1 .34
	500℃	70 .6	65 .9	62.3	68.9	60 .4	52.3
トルエン議皮	700°C	67 .9	52.0	45.3	39.9	39.0	25 .4
(ppm)	1000℃	73.4	1.0	0.6	0.5	0.6	0.5
	500°C	0.96	0.58	0.40	0.42	0.39	0.43
β-エストラジオール機度 (p pm)	700°C	0.96	0.40	0.27	0.25	0.30	0.26
	1000C	0.97	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

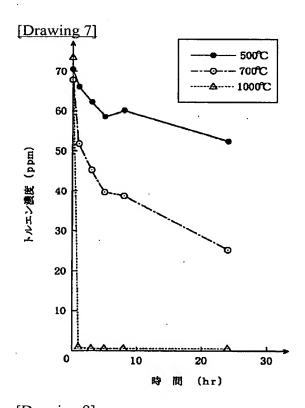
# [Drawing 5]



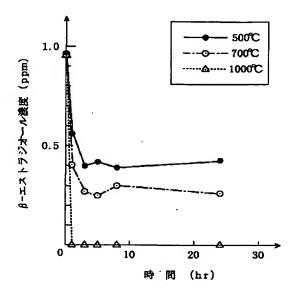


[Drawing 6]

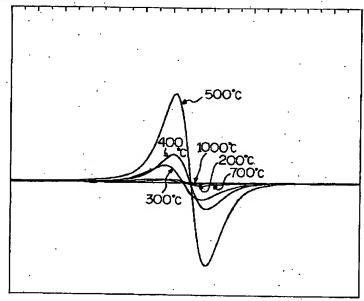




[Drawing 8]







[Translation done.]

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-80062 (P2003-80062A)

(43)公開日 平成15年3月18日(2003.3.18)

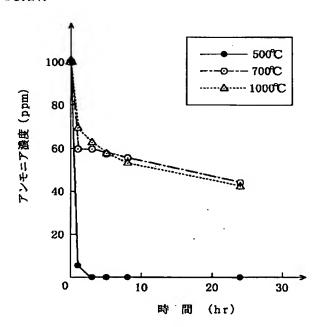
(51) Int.Cl.7	識別記号	FI	テーマコート*(参考)
B 0 1 J 20/20		B 0 1 J 20/20	B 4C080
A61L 9/01		A 6 1 L 9/01	B 4G046
9/16		9/16	D 4G066
B 0 1 J 20/30		B 0 1 J 20/30	
C01B 31/08		C 0 1 B 31/08	Α
		審査請求 未請求 請求項	の数6 OL (全 10 頁)
(21)出願番号	特願2001-278836(P2001-278836)	(71) 出願人 399082726	
		山根 健司	
(22)出願日	平成13年9月13日(2001.9.13)	兵庫県神戸市西	区糀台3丁目18-7
		(71)出顧人 596102713	
		石原 茂久	
		京都府長岡京市	天神3丁目23番12号
		(71)出顧人 000160821	
		及川 紀久雄	
		新潟県新潟市真	砂3丁目151
		(74)代理人 100107445	
		弁理士 小根田	一郎
			最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 特定化学物質の捕集方法及びこれに用いる吸着材

# (57)【要約】

【課題】 シックハウス症候群や化学物質過敏症を引き起こす揮発性有機化合物や、内分泌撹乱化学物質やその関連物質等の特定化学物質を有効に捕集し得る捕集方法及び吸着材を提供する。

【解決手段】 アンモニア捕集用に500℃で炭化した 竹炭を、ホルムアルデヒド捕集用に $500\sim1000$ ℃ で炭化した竹炭を、ベンゼン又はトルエンの捕集用に1000℃で炭化した竹炭を、 $17\beta$ —エストラジオール の捕集用に1000℃で炭化した竹炭をそれぞれ吸着材 として用いる。このような吸着材を捕集対象が含まれた 気相又は液相と接触させて、アンモニア等の捕集対象を 捕集して除去する。



10

1

### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アンモニア、ホルムアルデヒド、ベンゼン、トルエン、及び、エストラジオールの内のいずれか一種又は二種以上の組み合わせからなる特定化学物質を捕集するための捕集方法であって、

竹材を上記特定化学物質に応じた特定炭化温度で炭化させることにより吸着材として用いる竹炭を用意し、この吸着材を上記特定化学物質と接触させ、上記特定化学物質を上記吸着材に吸着させることにより捕集するようにすることを特徴とする特定化学物質の捕集方法。

【請求項2】 アンモニア、ホルムアルデヒド、ベンゼン、トルエン、及び、エストラジオールの内のいずれか一種又は二種以上の組み合わせから成る特定化学物質を捕集するために用いる吸着材であって、

竹材を上記特定化学物質に応じた特定炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いてなることを特徴とする吸着材。

【請求項3】 アンモニアを捕集するための吸着材であって、

竹材を400℃から600℃の範囲の炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いてなることを特徴とする吸着材。

【請求項4】 ホルムアルデヒドを捕集するための吸着 材であって、

竹材を400℃から1100℃の範囲の炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いてなることを特徴とする吸着材。

【請求項5】 トルエン又はベンゼンを捕集するための 吸着材であって、

竹材を700℃から1100℃の範囲の炭化温度で炭化 30 させることにより得られる竹炭を用いてなることを特徴とする吸着材。

【請求項6】 エストラジオールを捕集するための吸着 材であって、

竹材を400℃から1100℃の範囲の炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いてなることを特徴とする吸着材。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、室内空間もしくは 40 工場等の屋内・屋外空間等の気相中、又は、河川、下水もしくは湾内等の沿岸海域等の液相中に存在する特定化学物質、例えばアンモニア及びアンモニア化合物等の塩基性悪臭化学物質、ホルムアルデヒド等のシックハウス症候群や化学物質過敏症を引き起こす原因物質といわれる揮発性有機化合物や、エストラジオール等の内分泌撹乱化学物質(環境ホルモン)もしくはその関連物質を捕集するための捕集方法及びこれに用いる吸着材に関する。

### [0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、室内空間からシックハウス症候群を引き起こす原因物質(ホルムアルデヒド等)を捕集して除去するための手段としては決め手となるような有効な手段に乏しく、換気等による希釈や、原因物質を発生させる建材等を除去・交換するなどの手段により対処されているに過ぎない。 【0003】また、河川等に含まれる内分泌撹乱物質に

【0003】また、河川等に含まれる内分泌撹乱物質についても微量成分でもあり選択的に捕集するための有効な手段はない。

【0004】一方、木材を炭化させて得られる木炭については、燃料としての本来の用途に加え、近年、家屋の床下における調湿材や微生物の繁殖床にして河川の水質浄化材等の用途への利用が提案もしくは試行されている。

【0005】本発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、塩基性悪臭化学物質、シックハウス症候群や化学物質過敏症を引き起こす原因物質といわれる揮発性有機化合物や、内分泌撹乱化学物質もしくはその関連物質等の特定化学物質を有効に捕集し得る捕集方法及びこれに用いる吸着材を提供することにある。

### [0006]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、本発明者らは、まず、吸着材を用いて上記の如き化学物質を吸着(選択的吸着)させることにより捕集する方法に着目した。そして、竹材を炭化させることにより得られる竹炭が種々の化学物質に対する吸着能を有するのではないか、又、その吸着能の発揮が主として炭化温度の如何によって大きく左右されるのではないかという点を推測し、種々の試験を行うことにより上記点を確認して以下の本発明を完成させるに至った。

【0007】すなわち、捕集方法に係る請求項1では、アンモニア、ホルムアルデヒド、ベンゼン、トルエン、及び、エストラジオールの内のいずれか一種又は二種以上の組み合わせから成る特定化学物質を捕集するための捕集方法を対象として、竹材を上記特定化学物質に応じた特定炭化温度で炭化させることにより吸着材として用いる竹炭を用意し、この吸着材を上記特定化学物質と接触させ、上記特定化学物質を上記吸着材に吸着させることにより捕集するようにした。

【0008】この場合、吸着材の用意においては、捕集対象の特定化学物質に対し高度な吸着能を発揮し得る吸着材とするために、その捕集対象の特定化学物質に応じた適切な炭化温度で炭化処理して竹炭を得るようにすればよい。この炭化処理としては好ましくは竹材の乾燥、炭化及び精錬の各工程に応じて所定の昇温度合(昇温速度)で昇温・加熱しあるいは併せて所定温度での保持

(温度維持)を行い、その後、所定の冷却度合(冷却速度)で冷却工程を行えばよい。そして、特定化学物質を50 吸着させるには、気体、蒸気もしくは液体の状態で含ま

れる気相中もしくは液相中に上記吸着材を配置もしくは 投入し、特定化学物質と接触させることにより、上記吸 着材に特定化学物質を吸着させるようにすればよい。こ れにより、特定化学物質を吸着材に対し高率でかつ短時 間で吸着させることができ、気相もしくは液相に含まれ る特定化学物質のほぼ全量を捕集することができる。

【0009】上記の請求項1の捕集方法で用いる吸着材に係る請求項2では、アンモニア、ホルムアルデヒド、ベンゼン、トルエン、及び、エストラジオールの内のいずれか一種又は二種以上の組み合わせから成る特定化学 10物質を捕集するために用いる吸着材として、竹材を上記特定化学物質に応じた特定炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いてなることとした。

【0010】このような吸着材は、特に建材の接着削等から揮発していわゆるシックハウス症候群を引き起こす原因物質(例えばホルムアルデヒド等)を捕集するために、その原因物質を含む気相と接触させることにより上記原因物質を捕集する目的に好適に用いられる。また、液相に含まれる特定化学物質(例えばエストラジオール等)の捕集のためにその特定化学物質を含有する液相中に浸漬させて用いることも可能である。さらに、上記の気相又は液相に限らず、固相に存在する特定化学物質の捕集、例えば土壌中に存在し地下水又は雨水等の水に溶解して流出する特定化学物質を捕集するためにも有効に用いられる。

【0011】具体的には、アンモニア等の塩基性悪臭化学物質を特定化学物質とする場合の請求項3では、アンモニアを捕集するための吸着材として、竹材を400℃から600℃の範囲の炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いることとした。この場合、アンモニアに対する吸着能をより高く発揮させる吸着材とするには、炭化温度として好ましくは450℃~550℃の範囲、実質的に500℃前後とすればよい。実質的に500℃前後の炭化温度で炭化処理した竹炭によりアンモニアを極めて高率でかつ短時間で吸着させ得る。

【0012】ホルムアルデヒドを特定化学物質とする場合の請求項4では、ホルムアルデヒドを捕集するための吸着材として、竹材を400℃から1100℃の範囲の炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いることとした。この場合、ホルムアルデヒドに対する吸着能をより高く発揮させる吸着材とするには、炭化温度として500℃~1000℃の範囲、中でも500℃~700℃の範囲とすればよい。

【0013】トルエン又はベンゼンあるいは両者を特定化学物質とする場合の請求項5では、トルエン又はベンゼンを捕集するための吸着材として、竹材を700℃から1100℃の範囲の炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を用いることとした。この場合、上記のトルエン又はベンゼンに対する吸着能をより高く発揮させる吸着材とするには、炭化温度として800℃~11050

0℃の範囲、900℃~1100℃の範囲、実質的に100℃前後とすればよい。なお、上限温度としては1100℃以上としてもよいが、1000℃前後の炭化温度で炭化処理した竹炭によりトルエン又はベンゼンに対する十分な吸着能が発揮されるため、高温での炭化処理の便を考慮して1100℃までの範囲の炭化温度で炭化処理すれば十分に高度な実用性能を得ることができる。また、上記のトルエン及びベンゼンに加えてキシレン、ノネナール又はインドールについても上記のトルエン又はベンゼンを特定化学物質とする吸着材と同様の炭化温度(炭化温度範囲)で炭化させて得られる竹炭を用いた吸着材により有効に吸着能を発揮させることが可能であ

【0014】また、エストラジオールを特定化学物質と する場合の請求項6では、エストラジオールを捕集する ための吸着材として、竹材を400℃から1100℃の 範囲の炭化温度で炭化させることにより得られる竹炭を 用いることとした。この場合、エストラジオールに対す る吸着能をより高く発揮させる吸着材とするには、炭化 温度として500℃~1100℃の範囲、700℃~1 100℃の範囲、より好ましくは900℃~1100℃ の範囲、実質的には1000℃前後とすればよい。な お、この請求項6の場合にも、上記の請求項5の場合と 同様に、上限温度を1100℃以上としてもよいが、1 000℃前後の炭化温度で炭化処理した竹炭によりエス トラジオールに対する十分な吸着能が発揮されるため、 高温での炭化処理の便を考慮して1100℃までの範囲 の炭化温度で炭化処理すれば十分に高度な実用性能を得 ることができる。

【0015】 ここで、上記の「エストラジオール」とは 具体的には $17\beta$  — エストラジオールのことである。こ  $017\beta$  — エストラジオールは、内分泌撹乱物質(環境 ホルモン)又はその関連物質といわれているものであ り、人畜由来ホルモンの一種である。

[0016]

【発明の効果】以上、説明したように、請求項1の特定化学物質の捕集方法によれば、シックハウス症候群や化学物質過敏症を引き起こす原因物質といわれるホルムアルデヒド等の揮発性有機化合物や、内分泌撹乱化学物質もしくはその関連物質であるエストラジオールなどの有害な特定化学物質を高率かつ迅速に捕集することができる。しかも、その捕集を特定炭化温度で炭化させることにより生成した竹炭を用意し、特定化学物質を含有する気相又は液相と接触させるだけという容易な作業により達成することができる。

【0017】また、請求項2の特定化学物質の吸着材によれば、この吸着材を用いることにより請求項1の捕集方法を確実に実施して上記の有害な特定化学物質の捕集を実現させることができる。

【0018】請求項3~請求項6のいずれかの吸着材に

10 る。

5

よれば、上記請求項2の吸着材をより具体化することができる。請求項3によればアンモニアを捕集するために適した吸着材を、請求項4によればホルムアルデヒドを捕集するために適した吸着材を、請求項5によればトルエン又はベンゼンを捕集するために適した吸着材を、請求項6によればエストラジオールを捕集するために適した吸着材をそれぞれ提供することができる。

#### [0019]

【発明の実施の形態】本発明の実施形態として挙げられる吸着材は次の手順により製造されて用意される。

【0020】すなわち、竹材(例えば孟宗竹等)を炭化炉に応じて所定の長さ(例えば1m程度)毎に切断し、さらに好ましくは所定の周長(例えば6~7cm)毎に縦割りし、これらを縦向きにして炭化炉内に充填する。なお、炭化炉に充填する前に予備的な乾燥工程を実施するようにしてもよい。この場合には燻煙熱により例えば80 $^{\circ}$ ~150 $^{\circ}$ の範囲で数日間(例えば4日程度)持続させればよい。

【0021】炭化炉に充填した後は、原則として乾燥工程、炭化工程及び精錬工程を行った後に、冷却工程を行 20 う。

【0022】乾燥工程は外気温温度からほぼ250℃(乾燥温度)まで所定時間(例えば3時間~3時間半)かけて昇温させて行う。この後、炭化工程は上記乾燥温度から目標の炭化温度との間の中間温度までを所定時間をかけて昇温し、その中間温度到達後に所定時間だけその中間温度のままで保持(キープ)することにより行う。次に、精錬工程は、上記中間温度から目標の炭化温度まで所定時間をかけて昇温し、上記目標炭化温度に到達した後にその目標炭化温度のままでキープする。最後30に炭化炉の加熱を停止し、炉内に充填したまま冷却工程を行う。この冷却工程はほぼ100℃になるまで放置することにより自然冷却させる。

【0023】上記の炭化工程での中間温度は目標の炭化温度により変化させる。例えば目標の炭化温度が1000℃をし、目標炭化温度が700℃であれば中間温度は700℃とすればよい。目標炭化温度が500℃である場合には炭化工程と精錬工程との2段階に分けずに、乾燥工程終了後にその目標炭化温度である500℃まで昇温させるようにしてもよい。

【0024】上記の目標炭化温度は吸着材として使用する吸着対象に応じて決定する。炭化温度の如何によって最も高い吸着能を発揮する対象の種類(化学物質の種類)が異なるからである。例えば目標の炭化温度を500℃、700℃及び1000℃の3種類に設定した場合には、吸着対象がアンモニアであれば500℃で炭化処理した竹炭が最も高い吸着能を発揮し、同様にホルムアルデヒドであれば1000℃のものがやや劣るものの500℃、700℃及び1000℃のいずれの竹炭であっ50

ても高い吸着能を発揮し、ベンゼン又はトルエンであれば 1000 Cの竹炭が最も高く以下 700 C、500 C の順で吸着能を発揮し、 $\beta$  - エストラジオールであれば上記のトルエン等と同様に 1000 Cの竹炭が最も高く以下 700 C、500 Cの順で吸着能を発揮することになる。また、吸着対象がキシレン、ノネナール又はインドールである場合においても上記のトルエン又はベンゼンを吸着対象とする場合と同様に 1000 Cの竹炭が最も高く以下 700 C、500 Cの順で吸着能を発揮す

【0025】以上により生成された竹炭を吸着材として 用いるには、吸着対象に応じて決定される使用場所を考 慮してその使用場所に適した形状・サイズに上記竹炭を 加工すればよい。例えば10~20cm程度の固形状又 は数 c m程度の小片状にそれぞれ破砕したり、又は、粒 状もしくは粉末状に加工したりするようにする。吸着材 が固形状又は小片状の場合には、その吸着材を通気もし くは通水可能なネットもしくは容器に収容して吸着対象 の化学物質を含有する気相中に配置するか又は液相中に 浸漬するようにすればよい。上記粉末状等の如くサイズ が小さい程、吸着対象の化学物質と接触し得る表面積が 増大するため、吸着能を効率よく発揮させる上で好まし い。その反面、粒状もしくは粉末状にした場合にはその 吸着材を収容するための容器や保持するための工夫が必 要になる。粒状であれば例えば目の細かいネットもしく は不織布等により形成された袋内に収容するか、あるい は、粉末状であれば適当な接着剤又は粘結剤と混合して 所定サイズのタブレット形状に成形するようにすればよ い。そして、上記と同様に気相中に配置するか液相中に 浸漬するかすればよい。

### [0026]

【実施例】以下、効果を確認するために実施した試験例 及びその試験結果に基づきさらに詳細に説明する。

## 【0027】-吸着材の試料調製-

図1に示すように竹材の原材料として、由良川水系(主として兵庫県内)に生育している孟宗竹を使用した。伐採した孟宗竹の主幹の部分を長さ1 m毎に切断し、さらにそれを放射方向に縦割りして幅(周長)6~7 c m程度に裁断した。これを25~30本程度ずつ結束したものを炭化炉内に充填した。充填数は炭化炉の内容積により異なるが、使用した炭化炉では40~50束程度を充填した。なお、この充填前に燻煙熱により予備乾燥させるために、燻煙熱処理窯内に入れてほぼ80~150℃の範囲で約4日間程度の間にわたり熱処理した。

【0028】次に、目標の炭化温度として500℃、700℃及び1000℃の3種類設定し、各炭化温度毎に個別にバッチ式にて炭化処理を行った。以下、炭化温度毎にその炭化処理を説明する目標の炭化温度が500℃の場合には、外気温の状態から約250℃まで約3時間かけて昇温させて乾燥工程を行った後に、約250℃か

ら500℃まで約9時間をかけて昇温させ、500℃に 到達した後に500℃を維持した状態で約1時間キープ して炭化工程を行った(図2に実線で示す温度変化を参 照)。そして、加熱を停止させて100℃まで自然冷却 させる冷却工程を行った。この冷却には約40時間を要 した。

【0029】目標の炭化温度が700℃の場合(図2に 一点鎖線で示す温度変化を参照)には、外気温の状態か ら約250℃まで約3時間20分かけて昇温させて乾燥 工程を行った後に、約250℃から500℃まで約1時 間40分かけて昇温させ、500℃に到達した後に50 0℃を維持した状態で1時間キープして炭化工程を行っ た。次に、500℃から700℃まで15分間かけて昇 温させ、700℃に到達した後に700℃を維持した状 態で1時間キープして精錬工程を行った。そして、加熱 を停止させて100℃まで自然冷却させる冷却工程を行 った。この冷却には上記と同様に約40時間を要した。 【0030】目標の炭化温度が1000℃の場合(図2 に点線で示す温度変化を参照)には、外気温の状態から 約250℃まで約3時間30分かけて昇温させて乾燥工 程を行った後に、約250℃から700℃まで約3時間 30分かけて昇温させ、700℃に到達した後に700 ℃を維持した状態で1時間キープして炭化工程を行っ た。次に、700℃から1000℃まで約2時間かけて 昇温させ、1000℃に到達した後に1000℃を維持 した状態で40分間キープして精錬工程を行った。そし て、加熱を停止させて100℃まで自然冷却させる冷却 工程を行った。この冷却には上記と同様に約40時間を

【0031】以上の温度制御は上記の結束した状態の竹 材束の上下方向中間位置において外から内部まで差し込 んだ熱電対により炭化処理過程にある竹材の実際の温度 を正確に検出しながら行った。

【0032】以上で500℃、700℃及び1000℃ の各炭化温度で炭化処理した3種類の竹炭を得た後、こ の3種類の竹炭をそれぞれ同サイズの粉末状に破砕し て、吸着材としての3種類の吸着試料を得た。

【0033】-吸着試験方法-

要した。

吸着対象の化学物質としてアンモニア、ホルムアルデヒド、トルエン、ベンゼン及び $17\beta$ -エストラジオールを用意し、これら5種類の化学物質についてそれぞれ上記の3種類の吸着試料を用いた吸着試験を個別に実施した。この内、アンモニア、ホルムアルデヒド、トルエン及びベンゼンはガスを使用した。以下、アンモニア、ホルムアルデヒド、トルエン及びベンゼン(以下「対象ガス」ともいう)と、 $17\beta$ -エストラジオールとに分けて説明する。

【0034】(上記対象ガスの場合)上記各対象ガスについての吸着試験は、5Lのテドラーバッグ(ジーエルサイエンス株式会社製)を用い、このテドラーバッグ内 50

で行った。

【0035】具体的には、まず、上記対象ガス毎に所定量の上記各吸着試料を個別にテドラーバッグ内に入れ、各吸着試料を入れた部分と他の部分とに分けて遮断するように密封クリップにより上記テドラーバッグを仕切る。次に、そのテドラーバッグ内の吸着試料が入れられた部分とは異なる部分に窒素を充填し、次いで各対象ガスを所定濃度になるようにガスタイト式のシリンジを用いて注入し、20℃の恒温槽中に静置する。そして、注入した対象ガスの濃度が安定したら、上記密封クリップを開放してテドラーバッグ内を連通させて対象ガスと試料とを接触させる。この時点を0時間経過時点として対象ガスの濃度を測定し、以後、1時間、3時間、5時間、8時間及び24時間の各経過時点毎にテドラーバッグ内の対象ガスの濃度を測定した。

【0036】上記のテドラーバッグ内に入れる吸着試料の量としては、アンモニア及びホルムアルデヒドについては上記各吸着試料を0.5gずつ、トルエン及びベンゼンについては上記各吸着試料を0.05gずつとした。

【0037】また、上記の濃度測定方法としては対象ガス毎に次の方法を採用した。すなわち、ホルムアルデヒドの濃度についてはFormaldemeter400(JMS社製)を用いて測定し、アンモニアの濃度については北川式検知器 AP-1(光明理化学工業製)と北川式検知器アンモニア105SC(光明理化学工業製)とを用いて測定した。また、ベンゼン及びトルエンの各濃度は、炎光光度検出器(FID)を装備したガスクロマトグラフGC-8A(島津製作所製)を用いて測定した。ガスクロマトグラフは液相がPolyethlyeneglycol 20Mで担体がChromosorb W(60~80mesh、AW-DMCS)の充填剤を充填したステンレスカラムを用い、カラム温度100℃、気化室温度150℃の条件で窒素をキャリアガスにして検量線法により測定した。

【0038】(17 $\beta$ -エストラジオールの場合)上記 各吸着試料毎に約0.1 gを300mLの共栓付き三角 フラスコに入れ、これに1ppmの濃度の17 $\beta$ -エストラジオール溶液を200mLを入れる。この時点を0時間経過時点としてサンプリングし、以後、時々撹拌しながら1時間、3時間、5時間、8時間及び24時間の各経過時点毎にサンプリングした。

【0039】なお、上記の1ppmの $17\beta-$ エストラジオール溶液は、10mgの $17\beta-$ エストラジオール を100mLのメタノールに溶解させて標準原液とし、この標準原液を精製水により希釈して調製した。

【0040】上記でサンプリングした試料の $17\beta$ -エストラジオールの濃度測定は高速液体クロマトグラフィーを用いて行った。この高速液体クロマトグラフィーは、ポンプとしてCCPM(東ソー製)、ポンプコントローラとしてPX-8010(東ソー製)、UV検出器としてUV-80

00(東ソー製)、インジェクター7125(レオダン製)及びクロマトパックC-R6A(島津製作所製)を装備したものである。そして、移動層としてメタノール:水を6:4にしたものを1.0 m L / m i n で流し、サンプリング試料の注入量を50  $\mu$  L とし、検出器の波長を280 n m として検量線法により定量した。

# 【0041】一試験結果一

以上の吸着試験の結果について、500  $\mathbb C$ 、700  $\mathbb C$ 及び 1000  $\mathbb C$ の各炭化温度で炭化処理して得た 3 種類の吸着試料毎に、4 種類の上記対象ガス及び 17  $\beta$  -  $\mathbb C$  10 トラジオールの各時間経過時点毎の濃度値を図 3  $\mathbb C$   $\mathbb C$ 

【0042】(アンモニアの場合)図4(併せて図3)を見ると、炭化温度が500℃の吸着試料が他の吸着試料と比べずば抜けたアンモニア吸着能を示している。この500℃の吸着試料ではほぼ100%と超高率の吸着能(捕集能力)を示し、しかも短時間(1時間)で既に95%の吸着能を示し3時間で100%(測定上の未検出状態)の吸着能を発揮している。これに対し、炭化温度が700℃及び1000℃の両吸着試料ではほぼ同じ吸着能を示し、40%~60%の範囲での吸着能に止まっている。従って、アンモニアに対しては炭化温度が低い範囲において高い吸着能を発揮すると考えられる。

【0043】(ホルムアルデヒドの場合)図5(併せて図3)を見ると、500 $^{\circ}$ 、700 $^{\circ}$ 及び1000 $^{\circ}$ の3種類の炭化温度の各吸着試料は共にほぼ同様のホルムアルデヒド吸着能を示し、共にほぼ80%以上の高い吸着能を短時間(1時間)で発揮している。なお、僅かではあるが1000 $^{\circ}$ の吸着試料よりも500 $^{\circ}$ 及び700 $^{\circ}$ 0の各吸着試料の方が、より高い吸着能を示した。従40って、ホルムアルデヒドの吸着能に関しては、各吸着試料共に高い吸着能を発揮し、炭化温度の高低如何に対し依存性はあまりないと考えられる。

【0044】(ベンゼンの場合)図6(併せて図3)を 見ると、炭化温度が1000℃の吸着試料が他の吸着試料に比べずば抜けたベンゼン吸着能(95%以上)を短 時間(1時間)で発揮し、他の吸着試料では700℃、 500℃の順で1000℃の吸着試料よりも劣るものと なっている。それでも、炭化温度が700℃の吸着試料 であっても24時間経過時点では70%程度とかなり高 50 い吸着能を示し、500℃の吸着試料であっても24時間経過時点では34%程度の吸着能を示している。以上より、ベンゼンの吸着能に関しては、炭化温度が高い程、高い吸着能を発揮するものと考えられる。

【0045】(トルエンの場合)図7(併せて図3)を 見ると、傾向としては上記のベンゼンの場合と同様傾向 を示し、トルエン吸着能に関しても炭化温度が高い程、 高い吸着能を発揮するものと考えられる。但し、その吸 着能の程度はベンゼンのそれを上回り、炭化温度が10 00℃の吸着試料では短時間(1時間)でほぼ100% と超高率のトルエン吸着能を発揮している。他の700 ℃、500℃の吸着試料では1000℃の吸着試料より も劣るものの、炭化温度が700℃の吸着試料では24 時間経過時点で60%以上と比較的高い吸着能を示し、 500℃の吸着試料では24時間経過時点で25%以上 程度の吸着能を示している。なお、キシレン、ノネナー ル又はインドールに対する吸着能についても、上記のト ルエン又はベンゼンの場合と同様の傾向を示し、100 0℃の吸着試料が超高率の吸着能を発揮し他の700 ℃、500℃の吸着試料でも1000℃の吸着試料より も劣るもののかなり高い吸着能を発揮するものと考えら

【0046】( $17\beta$ -エストラジオールの場合)図8(併せて図3)を見ると、傾向としては上記のベンゼン又はトルエンの場合と同様傾向を示し、 $17\beta$ -エストラジオールの吸着能に関しては炭化温度が高い程、高い吸着能を発揮するものと考えられる。そして、その吸着能の程度もトルエンの場合とほぼ同様ではあり、炭化温度が1000℃の吸着試料は短時間(1時間)で100%と超高率の吸着能を発揮した。他の700℃、500℃の吸着試料では1000℃の吸着試料よりも劣るものの、炭化温度が700℃の吸着試料では3時間経過時点で70%以上とかなり高い吸着能を示し、500℃の吸着試料でも3時間経過時点で50%以上の良好な吸着能を示している。

【 0 0 4 7 】 - 電子スピン共鳴スペクトル (ESR) 測 マー

竹炭の吸着能について炭化温度の高低如何に依存性があることの参考に供するために、各種の炭化温度(200  $\mathbb{C}$ 、300 $\mathbb{C}$ 、400 $\mathbb{C}$ 、500 $\mathbb{C}$ 、700 $\mathbb{C}$ 、及び、1000 $\mathbb{C}$ )で炭化処理した竹炭(炭化物)を試料として電子スピン共鳴スペクトル測定を実施した。

【0048】測定は、電子スピン共鳴装置JES-TE200 (日本電子製)を用い、5mm径のESR試料管に上記 各試料を入れ、23℃でESRスペクトルを測定した。 この測定結果を図9に示す。

【0049】図9の結果では、200 $^{\circ}$ ~700 $^{\circ}$ の試料においてESR活性なラジカル種が検出され、1000 $^{\circ}$ の試料ではラジカル種は検出されなかった。また、ラジカル種の検出は500 $^{\circ}$ の試料において最も多く、

12

500℃から温度が高低両側に離れる程減少した。 【図面の簡単な説明】

【図1】3種類の吸着試料の炭化処理を説明した表であ

11

【図2】3種類の吸着試料の炭化処理における加熱温度の変化を示す図である。

【図3】 濃度変化値について全試験結果を示す表である。

\*【図4】アンモニア濃度変化を示す図である。

【図5】ホルムアルデヒド濃度変化を示す図である。

【図6】ベンゼン濃度変化を示す図である。

【図7】トルエン濃度変化を示す図である。

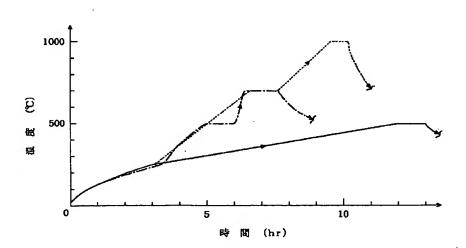
【図8】 17β-エストラジオール濃度変化を示す図である。

【図9】電子スピン共鳴スペクトル図である。

【図1】

		炭 化 温 度	
	2,009	2,00,2	1000£
竹の種類	由良川水系(主に兵庫産)のモウン に結束したものを炭化炉内に40〜50 程度爆煙熱処理した。	由良川水系(主に兵庫産)のモウソウ竹、長さ1mの筒状の竹を幅6~1cm程度に縦削したものを25~30本程店 に結束したものを炭化炉内に40~50歳程度充填。ただし、充填前に熾煙熱処理窯にて約80~150℃で約4日間 程度爛煙熱処理した。	由良川水系(主に兵庫産)のモウソウ竹、長さ1mの筒状の竹を幅6~1㎝程度に縦削したものを25~30本程度 に結束したものを炭化炉内に40~50歳程度充填。ただし、充填前に燻煙熱処理窯にて約80~150℃で約4日間 程度爛煙熱処理した。
乾燥工程	外気温度から約250℃まで約3時間	<b>外気温度から約250℃まで約3時間</b> 20分	<b>外気温度から約250℃まで約3時間30分</b>
炭化工程	250℃から500℃まで約9時間で昇温後、500℃を1時間キーブ。	250℃から500℃まで約1時間40分で 昇温後、500℃を1時間キープ。	250℃から500℃まで約9時間で昇温 250℃から500℃まで約1時間40分で 250℃から700℃まで約3時間30分で後、500℃を1時間キープ。 昇温後、700℃を1時間キープ。
精煉工程	I	500℃から700℃まで15分で昇温後、 700℃を1時間キープ。	500℃から700℃まで15分で昇温後、 700℃から1000℃まで約2時間で昇温 700℃を1時間キープ。 後、1000℃を40分間キープ。
帝却工程		100℃まで自然冷却(約40時間)	

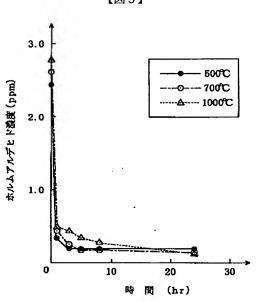
【図2】

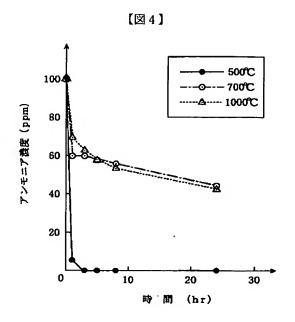


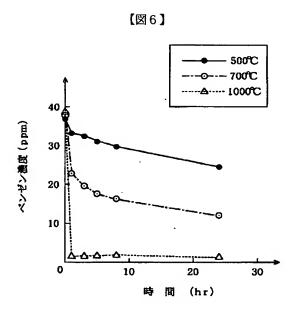
【図3】

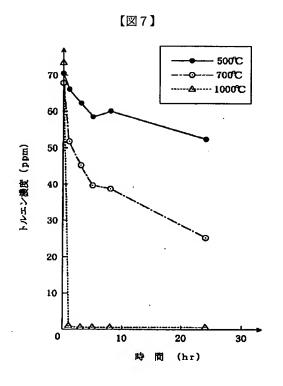
時間 (hr)		0	1	3	5	8	24
アンモニア <b>決</b> 度 (ppm)	500°C	100	5	0	0	0	0
	700°C	100	60	60	58	56	44
	1000°C	100	70	63	58	53	43
ホルムアルデヒド <b>漫度</b> (ppm)	500°C	2.44	0.33	0.21	0.20	0.20	0.18
	700°C	2.60	0.45	0.24	0.19	0.18	0.14
	1000°C	2.78	0.51	0.44	0.35	0.29	0.14
ベンゼン濃度 (ppm)	500°C	37.10	33 .42	32.68	31 _20	29.07	24.50
	700°C	38.68	22 .78	19.84	17.82	16.54	12.28
	1000°C	39.80	1.52	1 .48	1.64	1 .80	1.34
トルエン <b>決皮</b> (ppm)	500℃	70.8	65 .9	62.3	58.9	60 .4	52.3
	700°C	67.9	52.0	45.3	39.9	39.0	25.4
	1000°C	73.4	1.0	0.6	0.5	0.6	0.5
β-エストラジオール接皮 (ppm)	500°C	0.96	0.56	0.40	0.42	0.39	0.43
	700°C	0.96	0.40	0.27	0.25	0.30	0.26
	1000°C	0.97	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00

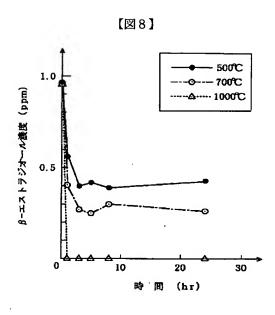
【図5】



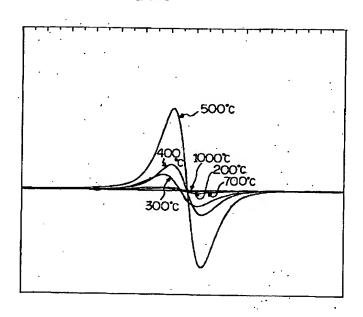








【図9】



# フロントページの続き

(71)出願人 594188191

鳥羽 曙

福井県小浜市水取4の10の32 小浜竹炭生

産組合内

(72)発明者 及川 紀久雄

新潟県新潟市真砂3丁目15-1

(72)発明者 鳥羽 曙

福井県小浜市水取 4 丁目10-32 小浜竹炭

生産組合内

(72)発明者 石原 茂久

京都市長岡京市天神3丁目23番12号

(72)発明者 山根 健司

兵庫県神戸市西区糀台3丁目18-7

Fターム(参考) 4C080 AA05 BB04 CC02 CC08 HH05

JJ03 KK08 LL02 MM05 QQ03

4G046 HA01 HC16

4G066 AA04B AC07A CA29 CA51

CA52 CA56 DA03 FA23 FA34